

*Barbara Peszko\*, Tomasz Niedoba\*, Maria Szymańska-Czaja\**

## SKŁADANIE ROZKŁADÓW WIELKOŚCI ZIAREN OTRZYMANÝCH Z RÓŻNYCH METOD POMIAROWYCH\*\*

---

### 1. Wstęp

Najczęściej używaną metodą analizy wielkości ziarna jest przesiewanie na sitach czyli tzw. analiza sitowa. Metodę tę można zastosować dla ziaren powyżej pewnego granicznego rozmiaru otworu sita. Tymczasem, ważne informacje zawarte są często w rozkładzie wielkości ziaren poniżej tej wielkości. Zatem przesiewanie stosuje się dla ziaren powyżej przyjętej granicy wielkości sita a pomiary drobniejszych frakcji przeprowadza się, na przykład, metodami sedymentacyjnymi. W sedymentacji za rozmiar wielkości ziarna przyjmuje się średnicę Stokesa, która nie jest równa wielkości sitowej. Z tego powodu konieczne jest stosowanie określonej metodologii łączenia tych dwóch analiz zgodnie z wielkością sitową [8, 11]. Połączenie analizy drobnych ziaren z analizą sitową jest dobrze znanym problemem w analizie drobno zmielonych materiałów.

Często stosowaną metodą uzgodnienia rozkładów wielkości ziaren otrzymanych na dwóch różnych urządzeniach pomiarowych jest stosowanie tzw. średniego współczynnika kształtu [1, 3, 5]. Ponieważ próbka przemysłowa zawiera zazwyczaj ziarna o różnorodnych kształtach, wyznaczenie tego współczynnika na drodze analizy jest dosyć skomplikowane [6, 7]. Istnieją opracowania w literaturze dotyczące tego zagadnienia, między innymi w publikacji [2] próbowano rozwiązać ten problem poprzez określenie rozkładu wielkości otrzymanych z analizy za pomocą dyfraktometru laserowego i łączenie go z analizą sitową. Dokonywano tego definiując współczynnik kształtu jako stosunek wielkości ziarna, będącego medianą ( $d_{50}$ ), spośród ziarn, które przeszły przez sito do rozmiaru oczka tego sita. Nie ma jednakże dowodu na to, że taka definicja współczynnika kształtu jest prawidłowa.

Inni autorzy [4] przedstawili metodę łączenia rozkładów wielkości ziaren otrzymanych przez analizę sitową z rozkładem wielkości ziaren otrzymanym przez analizę sedymentacyjną. Przyjęli oni, że rozkład wielkości ziaren otrzymany z analizy sitowej podlega rozkła-

---

\* Wydział Górnictwa i Geoinżynierii, Akademia Górniczo-Hutnicza, Kraków

\*\* Artykuł powstał w ramach projektu badawczego nr 5 T12A 017 25

dowi Gaudina-Andreyeva-Schuhmanna  $P(x) = \left(\frac{x}{k}\right)^m$ , gdzie  $x$  to rozmiar sita a  $P(x)$  oznacza prawdopodobieństwo, że wielkość ziarna jest mniejsza niż przyjęte  $x$ . Używając odpowiedniej funkcji przejścia zdefiniowali, na bazie analizy sitowej, rozkład wielkości ziaren uzyskany z metody sedymentacyjnej.

## 2. Model matematyczny

Przypuśćmy, że rozkład wielkości otrzymany przy analizie sitowej podlega rozkładowi o dystrybuancie  $P(x)$ . Załóżmy, że prawdopodobieństwo przejścia ziaren, które w analizie sitowej mieściły się w przedziale  $(x, x + dx)$ , na skutek analizy sedymentacyjnej do klasy ziaren mniejszej niż  $w$  jest określone przez funkcję  $F(w, x)$ . Dystrybuantę rozkładu wielkości ziaren uzyskanej metodą sedymentacyjną określa wówczas funkcja

$$Q(w) = \int_{x=0}^{\infty} F(w, x) p(x) dx \quad (1)$$

gdzie  $p(x)$  oznacza gęstość rozkładu wielkości ziaren z metody sitowej

$$p(x) = P'(x) \quad (2)$$

Jako funkcję przejścia  $F(w, x)$  można przyjąć:

— dystrybuantę rozkładu logistycznego

$$F(w, x) = \frac{1}{1 + \left(\frac{w}{\mu x}\right)^{-\lambda}}; \quad x > 0, \quad w > 0, \quad \lambda > 0, \quad \mu > 0 \quad (3)$$

— dystrybuantę rozkładu logarytmiczno-normalnego

$$F(w, x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{\ln\left(\frac{w}{\mu x}\right)} \exp\left(-\frac{u^2}{2}\right) du \quad (4)$$

— dystrybuantę rozkładu normalnego

$$F(w, x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi\sigma}} \int_{-\infty}^x \exp\left(-\frac{(w-u)^2}{\sigma^2}\right) du \quad (5)$$

Jeżeli przyjmiemy, że rozkład wielkości ziaren podlega rozkładowi o dystrybuancie  $P(x) = \left(\frac{x}{k}\right)^m$  to odpowiednie rozkłady wielkości ziaren otrzymane metodą sedymentacyjną będą miały postać:

— dla dystrybuanty rozkładu logistycznego

$$Q(w) = \int_0^{\infty} \frac{1}{1 + \left(\frac{w}{\mu x}\right)^{-\lambda}} \frac{m x^{m-1}}{k^m} dx \quad (6)$$

— dla dystrybuanty rozkładu logarymiczno-normalnego

$$Q(w) = \int_0^{\infty} \int_{-\infty}^{\frac{\ln\left(\frac{w}{\mu x}\right)}{\sigma}} \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{u^2}{2}\right) \frac{m x^{m-1}}{k^m} dx du \quad (7)$$

— dla dystrybuanty rozkładu normalnego

$$Q(w) = \int_0^{\infty} \int_{-\infty}^x \frac{1}{\sqrt{2\pi\sigma}} \exp\left(-\frac{(w-u)^2}{\sigma^2}\right) \frac{m x^{m-1}}{k^m} dx du \quad (8)$$

### 3. Charakterystyki materiałów przyjętych do badań

#### 3.1. Wybór materiałów i metod analitycznych

Do badań wybrano dwa materiały jednorodne o zróżnicowanym charakterze powierzchni: piasek kwarcowy oraz magnezyt. Do określenia składu ziarnowego badanych materiałów przyjęto dwie metody pomiaru wielkości ziaren: metodę sitową jako wstępną oraz metodę sedymentacyjną.

Materiały rozdrobniono poniżej 0,2 mm w kruszarce walcowej, a następnie mielono w młynku porcelanowym o średnicy 200 mm zawierającym 1,2 kg kulek porcelanowych o średnicy 20 mm. Czas mielenia dobrany był na zasadzie, że ponad 90% materiału powinna stanowić klasa < 100 μm. Czas ten był zróżnicowany i wynosił dla piasku kwarcowego — 14 godz. a dla magnezytu — 2 godz.. Otrzymane materiały rozdzielono następnie na wąskie klasy ziarnowe na sitach o wielkościach otworów: 125; 90; 71; 63; 50; 40; 32; i 25 μm.

#### Analiza sitowa

Jest to najprostsza metoda określania składu ziarnowego materiału, polegająca na rozsianiu go na klasy ziarnowe za pomocą zestawu sit o określonych wielkościach otworów.

Przesiewanie na sitach stosuje się przeprowadzając oznaczenie metodą suchą lub moką według normy PN-75/H-04933.

Dolna graniczna wielkość otworów sit stosowanych do analizy wynosi praktycznie 20  $\mu\text{m}$ .

### Analizy sedymentacyjne

Zasada analizy sedymentacyjnej określona przez PN-75/H-04939 opiera się na stwierdzeniu, że opadanie cząstek w zawieszynie pod wpływem siły ciężkości odbywa się zgodnie z wzorem Stokesa

$$d_{est} = \sqrt{\frac{18\mu}{g(q_1 - q_2)}} \sqrt{\frac{h}{t}} \quad (9)$$

gdzie:

- $v$  — prędkość opadania ziaren, m/s;
- $t$  — czas trwania opadania, s;
- $h$  — droga (wysokość) opadania, m;
- $\mu$  — lepkość cieczy, Ns/m;
- $q_1$  — gęstość ziarn,  $\text{kg/m}^3$ ;
- $q_2$  — gęstość cieczy sedymentacyjnej,  $\text{kg/m}^3$ ;
- $d_e$  — średnica efektywna ziarna, m;
- $g$  — przyspieszenie ziemskie,  $\text{m/s}^2$ .

Wzór Stokesa jest słuszny, jeżeli ziarna poruszają się względem ośrodka ruchem laminarnym. Przyjmuje się, że zachodzi taki przepływ, jeśli wartość liczby Reynoldsa zawiera się w granicach 0,4÷10. Zachowanie tego warunku określa też granice dolną i górną stosowania metod sedymentacyjnych.

Przykładowo w przypadku materiałów o gęstości rzędu  $2500 \text{ kg/m}^3$  nie powinno się oznaczać tą metodą uziarnienia powyżej 60  $\mu\text{m}$ . Dolna granica może w tym przypadku wynosić około 1÷2  $\mu\text{m}$ . W praktyce stosuje się prawo Stokesa do ziaren o kształcie różnym od kulistego i dlatego wyznacza się nie ich rzeczywistą wielkość lecz średnicę efektywną  $d_e$  (inaczej stokesowską) [1, 3].

## 4. Połączenie rozkładów wyników wielkości ziaren otrzymanych przy pomocy analizy sitowej i sedymentacyjnej dla piasku kwarcowego i magnezytu

Poniżej zaprezentowano metodę połączenia rozkładów analiz granulometrycznych otrzymanych metodą analizy sitowej i sedymentacyjnej dla dwóch materiałów: piasku kwarcowego i magnezytu. Otrzymane wyniki przedstawiono w tabeli 1.

TABELA 1

## Wyniki analizy sitowej dla piasku kwarcowego i magnezytu

Piasek kwarcowy			Magnezyt		
$d_i$ , $\mu\text{m}$	$n_i$ , %	$F(d_i)$ , %	$d_i$ , $\mu\text{m}$	$n_i$ , %	$F(d_i)$ , %
25	13,71	13,71	32	43,2	43,2
32	1,31	15,02	40	5,53	48,73
40	10,92	25,94	50	3,57	52,3
50	5,47	31,41	63	5,58	57,88
63	6,33	37,74	71	5,13	63,01
71	4,74	42,48	90	11,29	74,3
90	14,42	56,9	125	14,52	88,82
125	21,25	78,15	160	10,16	98,98
160	21,84	99,99			

gdzie:  $d_i$  — rozmiar sita,  $n_i$  — udział wagowy w  $i$ -tej klasie,  $F(d_i)$  — dystrybuanta empiryczna dla wielkości ziarna

Dla obu materiałów zastosowano aproksymację krzywych składu ziarnowego o dystrybucji rozkładu GSA

$$P(d) = \left(\frac{d}{k}\right)^m \quad (10)$$

gdzie:

$k$  — wymiar ziarna maksymalnego,

$m$  — parametr kształtu.

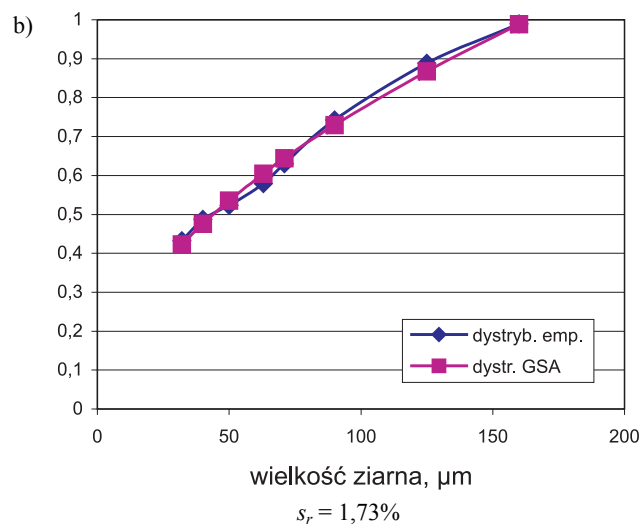
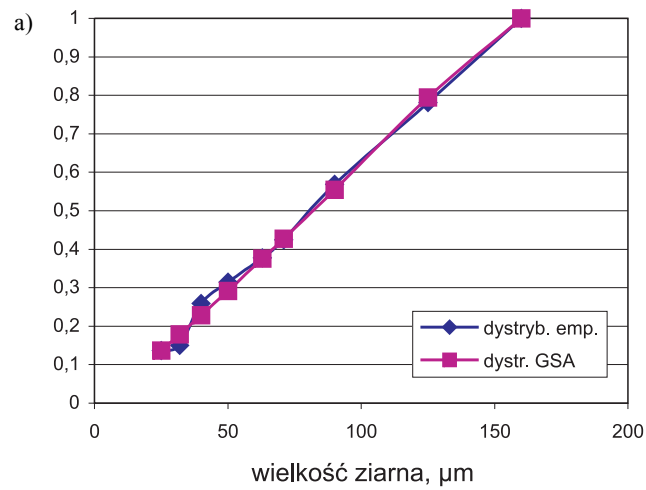
Dla piasku kwarcowego funkcja  $P(d)$  ma postać

$$P(d) = \left(\frac{d}{154,31}\right)^{1,094}$$

Dla magnezytu zaś

$$P(d) = \left(\frac{d}{163,43}\right)^{0,528}$$

Wartości teoretyczne porównano z wartościami empirycznymi co przedstawiono na rysunku 1.



**Rys. 1.** Dystrybuanta składu ziarnowego: a) piasek kwarcowy; b) magnezyt

Jako miarę zgodności rozkładu teoretycznego i empirycznego przyjęto odchylenie reszkowe, wyrażone wzorem

$$s_r = \sqrt{\frac{\sum_i (Q(w_i)_{teor} - Q(w_i)_{emp})^2}{n-2}} \quad (11)$$

gdzie  $Q(w_i)_{teor}$  jest zadane wzorem (12) lub (13), natomiast  $Q(w_i)_{emp}$  oznacza wartość dystrybuanty empirycznej dla analizy sedymentacyjnej.

Analizę sedymentacyjną dla piasku kwarcowego wykonano w klasie 0÷25 µm, a dla magnezytu w 0÷32 µm. Wyniki zawarto w tabeli 2.

TABELA 2  
**Wyniki analizy sedymentacyjnej dla piasku kwarcowego  
z zakresu 0÷25 µm oraz magnezytu z zakresu 0÷32 µm**

Kwarc		Magnezyt	
$d_i$ , µm	$F(d)$ , %	$d_i$ , µm	$F(d)$ , %
3,67	5,65	5	67,44
4,63	8,13	6	75,08
5,83	14,56	7	78,02
7,35	23,85	8	79,8
9,26	30,98	9	82,64
11,7	43,57	10	84,77
14,7	53,06	12	86,29
18,5	69,01	14	87,92
23,3	76,65	16	89,72
29,4	84,07	18	90,94
37	86,48	20	92,42
50	100	22	93,45
		24	94,85
		26	95,97
		28	96,91
		29	97,64
		30	97,79
		32	98,19
		35	98,6
		80	98,87

Jako rozkład teoretyczny wielkości ziarna w analizie sedymentacyjnej przyjęto rozkład oparty na funkcji rozmycia, tzn. dystrybuancie rozkładu logistycznego i logarytmiczno-normalnego — wzory (6) i (7):

— dla dystrybuanty rozkładu logistycznego:

$$Q(w) = \int_0^{+\infty} \frac{0,00417d^{0,094}}{1 + \left(\frac{w}{\mu d}\right)^{-\lambda}} dd \quad \text{— dla piasku kwarcowego} \quad (12)$$

$$Q(w) = \int_0^{+\infty} \frac{0,0358d^{-0,471}}{1 + \left(\frac{w}{\mu d}\right)^{-\lambda}} dd \quad \text{— dla magnezytu} \quad (13)$$

— dla dystrybuanty rozkładu logarytmiczno-normalnego

$$Q(w) = \int_0^{+\infty} \int_{-\infty}^{\frac{\ln\left(\frac{w}{\mu d}\right)}{\sigma}} \frac{0,00417d^{0,094}}{\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{u^2}{2}\right) du dd \quad \text{— dla piasku kwarcowego} \quad (14)$$

$$Q(w) = \int_0^{+\infty} \int_{-\infty}^{\frac{\ln\left(\frac{w}{\mu d}\right)}{\sigma}} \frac{0,0358d^{-0,471}}{\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{u^2}{2}\right) du dd \quad \text{— dla magnezytu} \quad (15)$$

Parametry  $\mu$  i  $\lambda$  są dobierane w zależności od badanego materiału (tab. 3). Jako parametr  $\mu$  (parametr kształtu) przyjmuje się  $\mu = \frac{w_{50}}{\bar{d}_i}$ , gdzie  $w_{50}$  oznacza medianę dla analizy sedymentacyjnej a  $\bar{d}_i$  jest średnią geometryczną wielkości ziarna, otrzymanej przy analizie sitowej z analizowanego przedziału wielkości.

Parametr  $\lambda$  jako parametr rozrzutu otrzymuje się stosując metodę najmniejszych kwadratów, minimalizując funkcję  $f(\lambda)$  daną wzorem

$$f(\lambda) = \sum_i \left( Q(w_i)_{teor} - Q(w_i)_{emp} \right)^2 \quad (16)$$

Opierając się na pracy [4], dla rozkładu logarytmiczno-normalnego przyjmuje się parametr  $\mu$  identycznie jak dla rozkładu logistycznego, natomiast  $\sigma = \frac{1,617}{\lambda}$ .

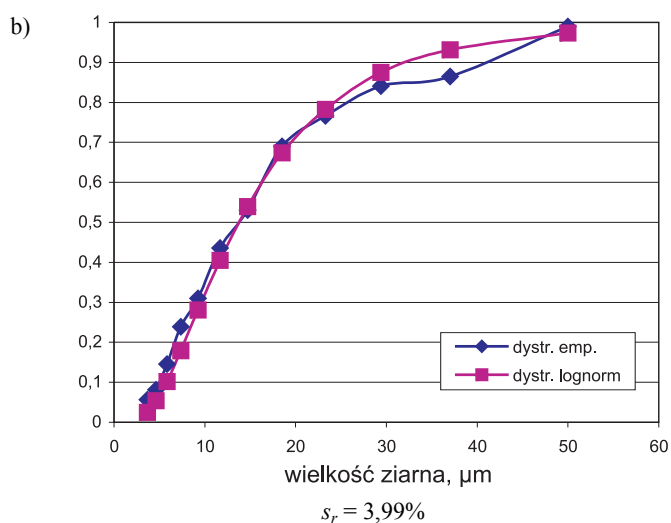
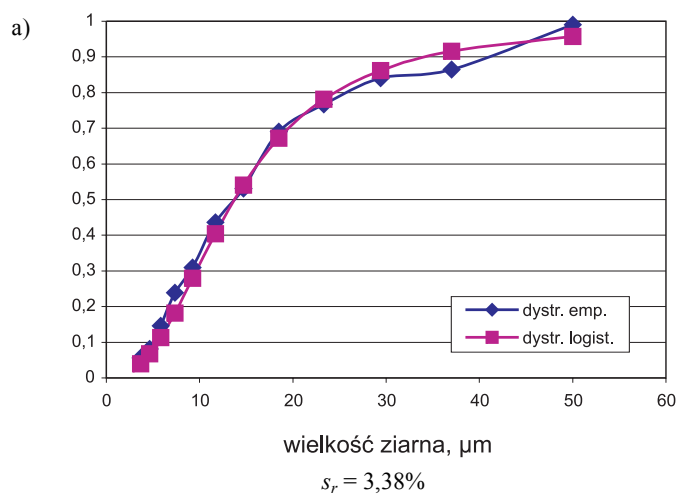
Porównano wyniki dystrybuanty teoretycznej  $Q(w)$  z dystrybuantą empiryczną dla analiz sedymentacyjnych i wyniki zaprezentowano na rysunku 2.



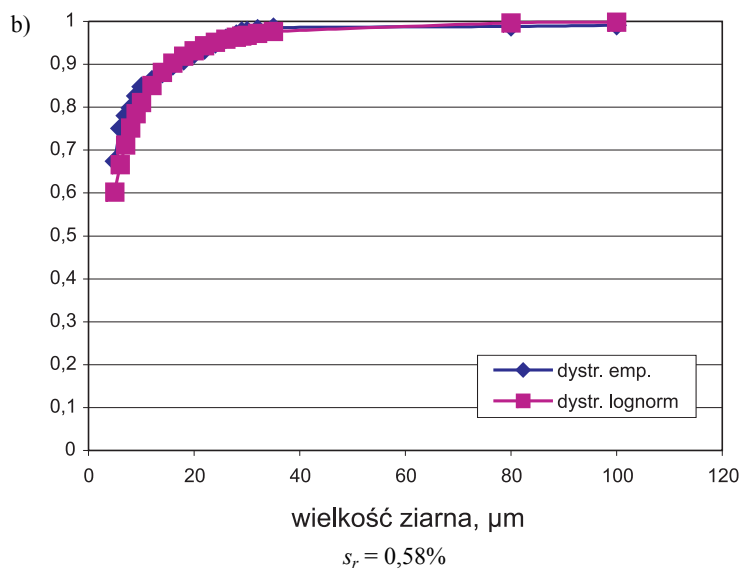
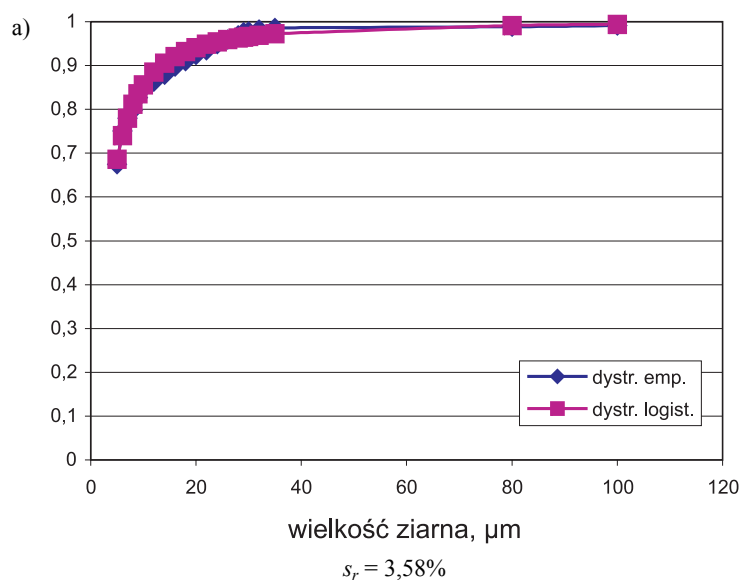
TABELA 3

## Wartości parametrów stosowanych funkcji

	$\mu$	$\lambda$	$\sigma$
Piasek kwarcowy	1,0986	2,4087	0,6713
Magnezyt	0,2317	1,4350	1,1268



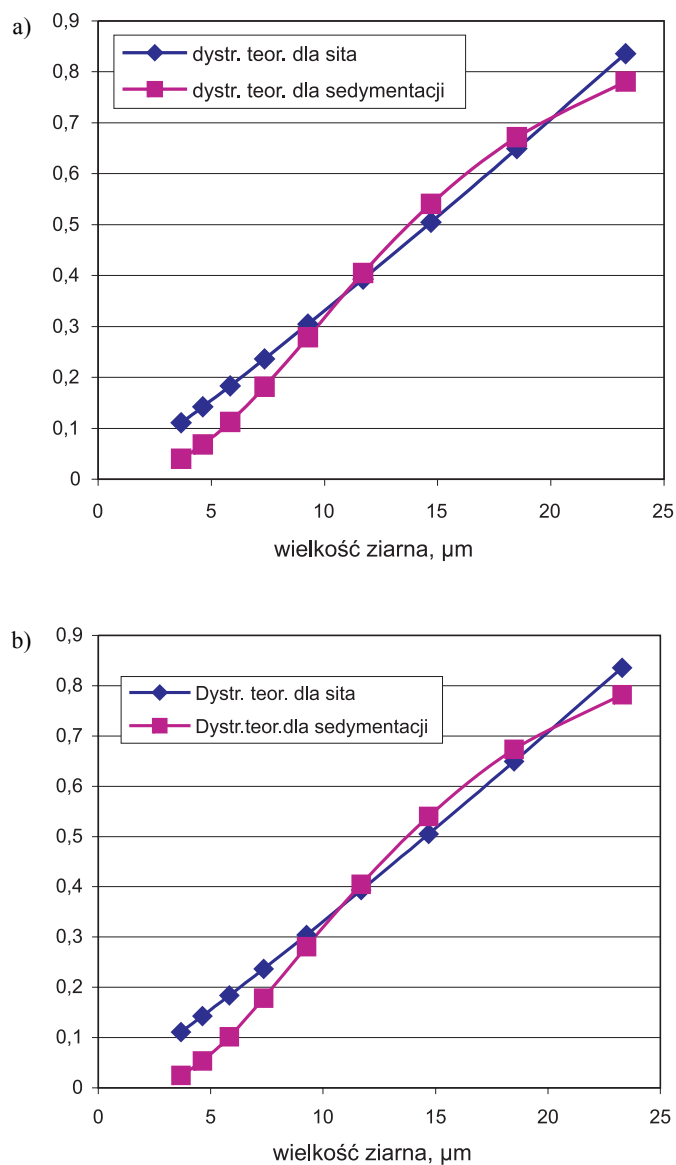
Rys. 2. Porównanie dystrybuanty empirycznej i teoretycznej dla rozkładu wielkości ziarna otrzymanego z analizy sedymentacyjnej dla piasku kwarcowego — klasa 0÷25  $\mu\text{m}$ :  
a) rozkład logistyczny; b) rozkład logarytmiczno-normalny



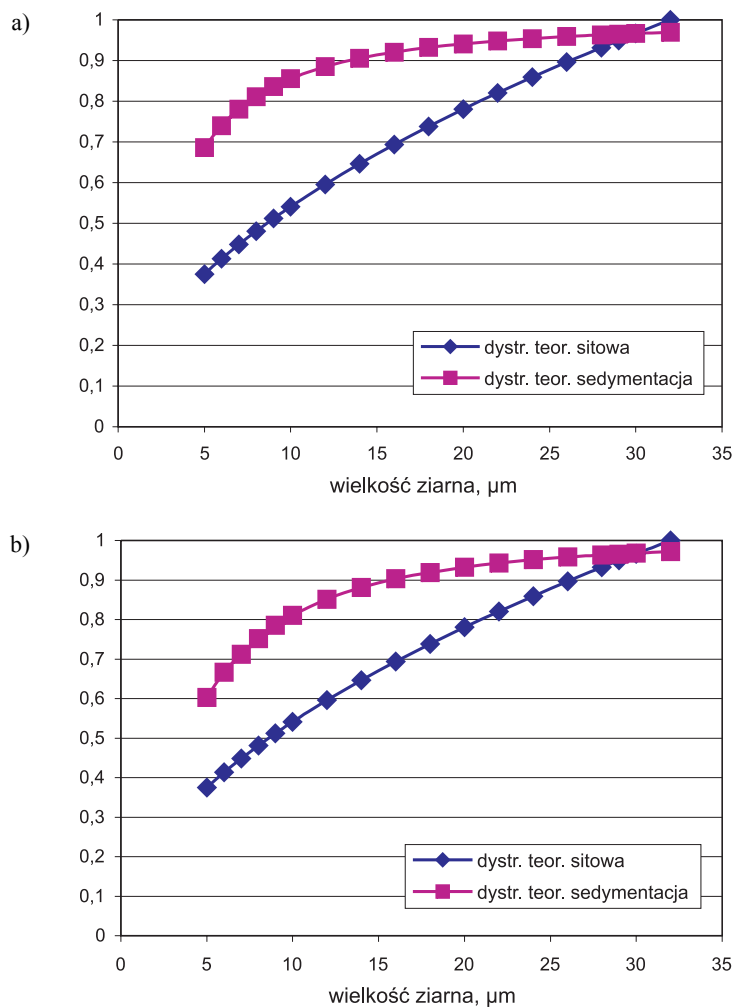
**Rys. 3.** Porównanie dystrybuanty empirycznej i teoretycznej dla rozkładu wielkości ziarna otrzymanego z analizy sedymentacyjnej dla magnezytu — klasa  $0 \div 32 \mu\text{m}$ :  
 a) rozkład logistyczny; b) rozkład logarytmiczno-normalny

Porównano również wyniki dystrybuant teoretycznych dla analizy sitowej i dla analizy sedymentacyjnej. Wyniki przedstawiono na rysunkach 4 i 5.

Porównując otrzymane wykresy widać, że dla piasku kwarcowego, stosując zarówno rozkład logistyczny, jak i rozkład logarymiczno-normalny — wykresy składu ziarnowego są do siebie zbliżone, zaś dla magnezytu odbiegają od siebie.



**Rys. 4.** Porównanie wykresów dystrybuant rozkładów przy analizie sitowej i sedimentacyjnej dla piasku kwarcowego — klasa 0÷25  $\mu\text{m}$ : a) rozkład logistyczny; b) rozkład logarymiczno-normalny



**Rys. 5.** Porównanie wykresów dystrybuant rozkładów przy analizie sitowej i sedymentacyjnej dla magnezytu — klasa 0÷32 μm: a) rozkład logistyczny; b) rozkład logarytmiczno-normalny

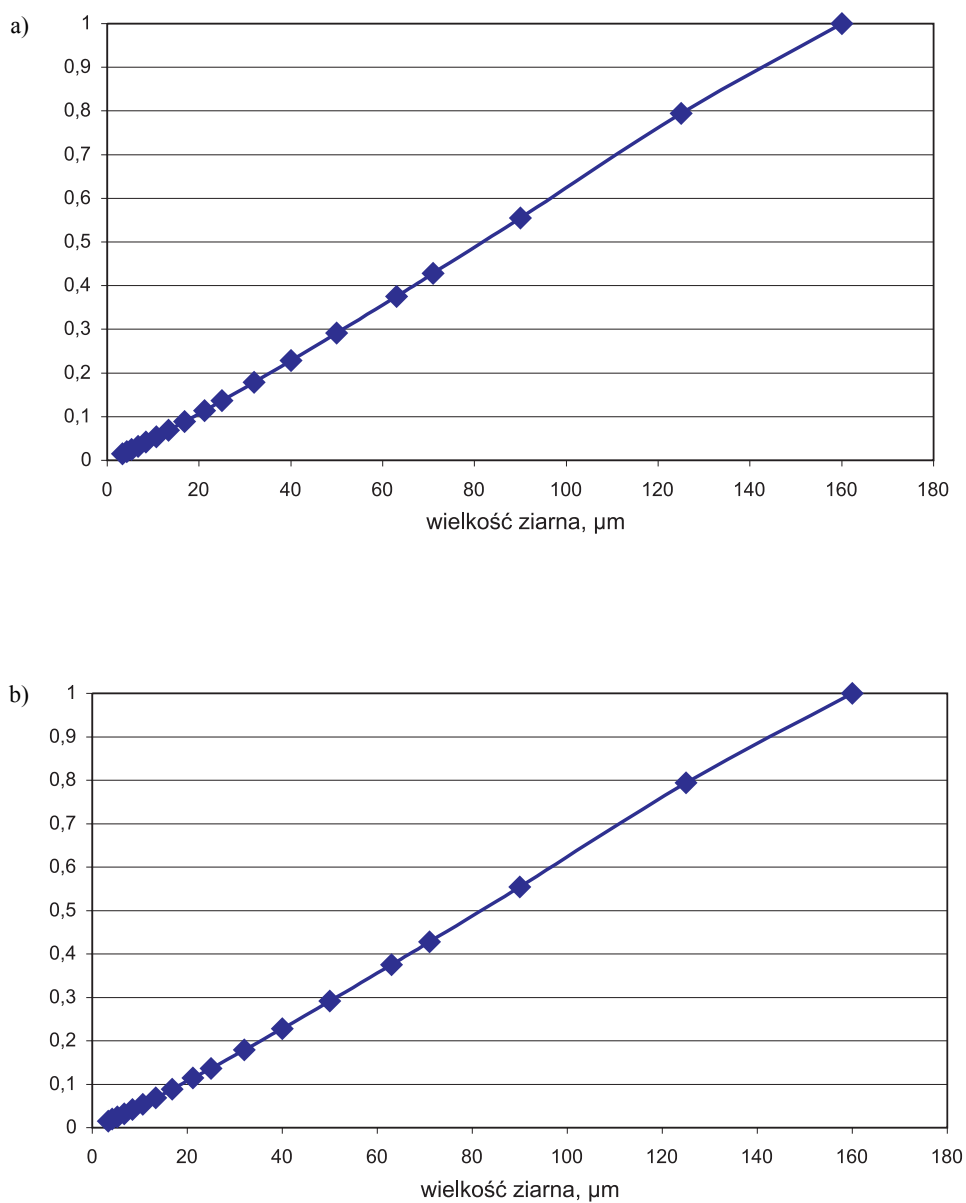
Aby można było połączyć oba rozkłady należy wielkość ziarna otrzymanego w analizie sedymentacyjnej podzielić przez  $\mu$  aby otrzymać odpowiednią wielkość ziarna na sicie. Jest to przybliżona aproksymacja wielkości ziarna na sicie.

W celu dokładniejszego określenia rozmiaru sita należałoby dokonać transformacji odwrotnej, czyli wyznaczyć

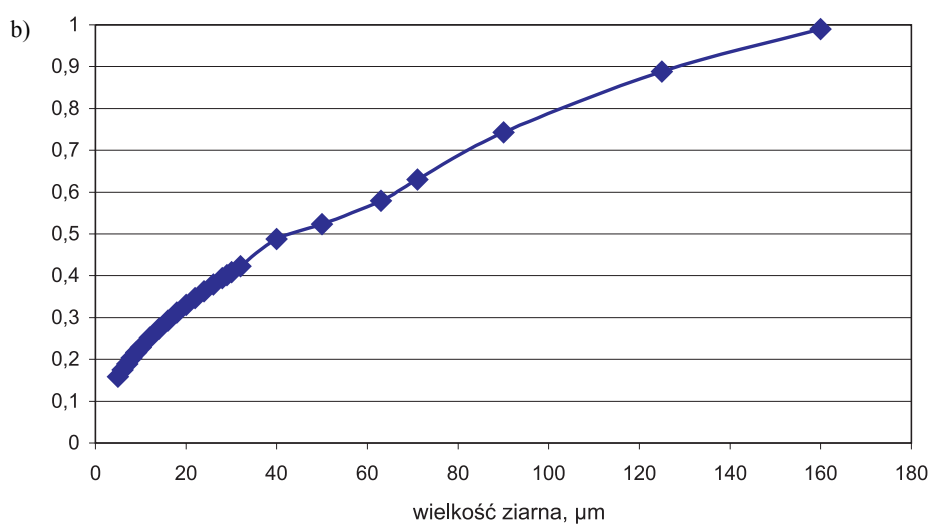
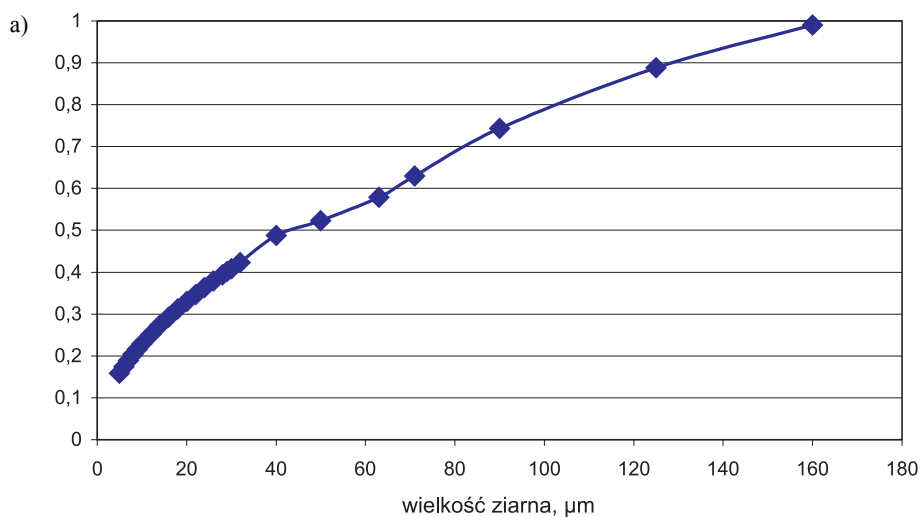
$$P(d) = T^{-1}(Q(w))$$

gdzie  $T^{-1}$  oznacza transformację odwrotną do transformacji zadanej wzorem (1).

Wykres łączony rozkładów wielkości ziarna otrzymanych za pomocą analizy sitowej i sedimentacyjnej przedstawiono na rysunkach 6 i 7.



**Rys. 6.** Wykres łączonej dystrybuanty dla analizy sitowej i sedimentacyjnej — piasek kwarcowy: a) rozkład logistyczny, b) rozkład logarytmiczno-normalny



**Rys. 7.** Wykres łączonej dystrybuanty dla analizy sitowej i sedymentacyjnej — magnezyt:  
 a) rozkład logistyczny, b) rozkład logarytmiczno-normalny

## 5. Uwagi końcowe

Proponowana metodyka badań sprowadza się zasadniczo do ustalenia funkcji rozmycia, a w zasadzie do ustalenia jej parametrów. Zastosowane w pracy funkcje logistyczna i logarytmiczno-normalna są funkcjami dwuparametrycznymi. Parametry te ustalono metodą

najmniejszych kwadratów (parametr  $\lambda$ ) a pozostałe według dotychczas stosowanych reguł. Wielkość tych parametrów zależy od rodzaju rozdrabnianego materiału, jak również od kształtu i wielkości ziaren. Analizowane przypadki pokazały, że mimo bardzo dobrego dopasowania rozkładu teoretycznego wielkości ziarna w analizie sitowej (w tym przypadku rozkład GSA), dla małych rozmiarów ziarna następują znaczne rozbieżności z rozkładami teoretycznymi dla analizy sedymentacyjnej (zwłaszcza w przypadku magnezytu). Uzasadnione jest więc łączenie rozkładów dla analizy sitowej (dla większych ziaren) z rozkładami dla analizy sedymentacyjnej (dla ziaren małych rozmiarów). Rozkład łączony jest rozkładem innego typu niż przyjęty rozkład teoretyczny dla analizy sitowej.

#### LITERATURA

- [1] *Allen T.*: Particle Size Measurement. London, Chapman and Hall 1997
- [2] *Austin L.G., Shah I.*: A method for inter-conversion of microtrac and sieve size distributions. Powder Technology, 1983, 35, 271–278
- [3] *Bernhardt C.*: Particle Size Analysis. London, Chapman and Hall 1994
- [4] *Cho H., Yildirim K., Austin L.G.*: The conversion of sedigraph size distributions to equivalent sub-sieve screen size distributions. Powder Technology 95, 1998, 107–117
- [5] *Clift R., Lloyd P.J.*: Particle Size Analysis. Wiley Chichester, 1988
- [6] *Peszko B., Niedoba T., Kordek J., Krawczykowska A.*: The analysis of shape coefficients for chosen raw material. ICCBPE/SOMChE 2005, pp. 379-382, Kota Kinabalu, Malezja, 2005
- [7] *Peszko B., Krawczykowska A.*: Ocena kształtu drobnych ziaren na podstawie techniki analizy obrazu. Górnictwo, z. 266, Zeszyty Naukowe Politechniki Śląskiej 2005, 153–163
- [8] *Peszko B., Niedoba T.*: Comparison of methods determining grain composition on base of various materials. PEMT'06, Sarajewo, Bośnia i Hercegowina (materiały w druku), 2006
- [9] PN-75/H-04933. Proszki metaliczne. Analiza sitowa
- [10] PN-75/H-04939. Analiza sedymentacyjna
- [11] *Tumidajski T., Niedoba T., Peszko B., Gawenda T.*: Ogólne zasady ujednoczenia wyników analiz składu ziarnowego wykonywanych różnymi metodami. Uczelniane Wydawnictwa Naukowo-Dydaktyczne AGH, Górnictwo i Geoinżynieria, z. 2/1, 2004, 159–167